

KÖZLEMÉNY
A SZEGEDI M. KIR. HORTHY MIKLÓS TUDOMÁNYEGYETEM
GYÓGYSZERÉSZETI INTÉZETE ÉS EGYETEMI GYÓGYSZERTÁRA
LABORATORIUMÁBÓL
IGAZGATÓ: DÁVID LAJOS DR. E. C. NY. RK. TANÁR.

A BISMUTHUM TANNICUM KÉSZÍTÉSE ÉS VIZSGÁLATA

DOKTORI ÉRTEKEZÉS

ÍRTA:
APRÓ LÁSZLÓ

SZEGED
1943.

A BISMUTHUM TANNICUM KÉSZÍTÉSE ÉS VIZSGÁLATA

Gyógyszerész-doktori értekezés

Írta:

A p r ó L á s z l ó

Szeged
1943.

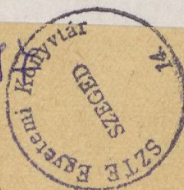


SZTE Egyetemi Könyvtár



J000710183

B 529



D 5152

A bismuthum tannicum a IV. Magyar Gyógyszerkönyvben hivatalos. Házilag készített gyógyszer. Sárga, vagy barnássárga színű, kissé fanyar ízű finom por. A gyógyászatban külsőleg és belsőleg használják. Hatását tekintve meg kell előbb ismerkednünk a bismuth és gallusav hatástani mechanizmusával.

Bismuth hatás:^{1/} A bismuth megfelelő vegyületeiben sebfelületekre hintve, ott bevonó, enyhe antisepticus, adstringens hatást fejt ki.

Az utóbbi években a bismuth oldható vegyületei fontos szerepet kaptak a szifilisz betegségek gyógyításában. A higanyal szemben kifejezett előnyei vannak: ez az erélyesebb hatásában és arányosan gyengébb mérgező voltában található meg. Különösen a szifilisz másodlagos tünetei esetében, de az idült megbetegedésben is igen jó eredményeket látnak a bismuth készítményektől.

Csersav hatás: A tannin kesernyés édes összehúzó ízű anyag, amelynek u.n. "tintaíze" 1:10,000 higitásban is észrevehető. Koncentrált oldatai a nyálkahártyákat érdessé teszik, a nyelven a merevségnek az érzetét keltik. Hatására az iz

érzés erősen csökken, a garat nyálkahártyájának az ingerlékenysége elszáll. A gyomorba jutva, a tannin az ott lévő fehérje anyagokkal egyesül és a gyomorfal nyálkahártyáját tömöríti. Ha a bejutott oldat koncentrált volt, úgy a gyomor nyálkahártyáján messzemenő, a cserzett bőrhöz hasonló változás észlelhető, hatása pedig heves fájdalmakban, hányásban, hasmenésben, majd pedig hosszantartó, makacs székrekedésben nyilvánul meg. Az utóbbi tünet a bélmirigyek secretiójának szüneteléséből ered. A belekben nem terjed mélyre a hatás, mert az ott lévő alkalikus bélnedvvel alkálitannát keletkezik, amely a fehérjéket lecsapni nem képes. A tannin hamarosan gallussavvá alakul át, amelynek egy része felszívódik, csekély része pedig változatlanul marad meg a bélsárban. Nagyon gyorsan tűnik el a szervezetben, úgy hogy még nagy adagok után 4 gr, sőt 8 gr után is csak nyomokban mutatható ki a bélsárban. Ennek magyarázata az, hogy a tannin fehérje vegyülete alakjában a belek falában marad meg, ahonnan a felesleges fehérjében oldódva lassan felszívódik. Ilyen nagy adagok után kismennyiségű gallussavat a vizeletben is találhatunk.

A tannint úgy belső, mint külső adstrin-

gens hatások kiváltására használják. Külsőleg hig oldatait száj- és toroköblögetésre, foghúsgyulladás, vagy mandulagyulladások eseteiben.

A húgycső gyulladásos megbetegedéseinél húgycsőöblítőnek, vagy gyulladásos végbélbántalmaknál, amelyek bő váladék képződéssel járnak, beöntés alakjában használják. Kolera ellen próbálkoznak igen hig tanninoldatok alkalmazásával, amikor is az elérhető bélrészeket több liter oldattal mossák át.

Töményebb oldatait jó eredménnyel használják makacs és nedvező bőrbajok ellen, de különösen jó eredménnyel használják nagyfelületű égési sebek kezelésére. Ujabb időben mustárgáz-sérülések ellen is ajánlják. A felületes szövetréteg fehérjének lecsapása következtében oldhatatlan védőréteg keletkezik a seb felületén, ami egyrészt a kórokozó baktériumok bejutását akadályozza meg, másrészt pedig akadályozza a bő váladékrést azáltal, hogy a felületes szövetek tömörítése útján összeszorítva a hajszálereket a sebfelület vérellátását és így a váladék képzését akadályozza. Friss égési sebekben vagy úgy alkalmazzák, hogy 2.5 %-os oldattal átitatott gézdarabokat helyeznek a sebfelületre, vagy pedig frissen készült 5 %-os oldattal többször átnedvesítik a sebfelületeket, amíg a fe-

lülletes hatás kellő mértékben kifejlődik. Kötések alkalmazása, miután az mint mechanikus inger fájdalmas, az ilyen égési sebeken felesleges. Vérzéscsillapítónak is használható a tannin töményebb oldata a vér fehérjéjének kicsapása útján a keletkező vérrögök a vérző ereket elzárják. Belső vérzések ellen kevesebb eredménnyel alkalmazhatjuk, mert az emésztőcsatorna nyálkahártyájának felületével érintkezve, rendszerint előbb fixálódik, mintsem, hogy elérhetné a vérző helyet.

Mérgezések eseteiben, különösen ha azok alkaloida természetű mérgekkel történtek, a csersav kitűnően alkalmazható, mint ellenmérreg, miután az alkaloidákat oldhatatlan vegyületek alakjában kicsapja. Használható ilyen szempontból nehéz fém-sókkal történt mérgezések esetén is. Természetes, hogy egyszerűen a mérgek lecsapásával nem elégedhetünk meg, hanem gondoskodni kell arról is, hogy a keletkezett alkaloida, vagy fémtannát-csapadékot a szervezetből minél előbb eltávolítsuk gyomormosással, illetve hashajtó adagolása útján. Szívesen adják a csersavat és annak készítményeit olyan esetekben, mikor a belek nyálkahártyájának gyulladásával állunk szemben. Természetes, hogy ilyen esetek-

ben az első teendő a gyulladást kiváltó okot, az erjedő vagy fertőzött béltartalmat eltávolítani, amit megfelelő hashajtó nyújtásával érnek el. A kiürített belek gyulladt nyálkahártyáját azután a csersavkészítmények adagolásával meg lehet nyugtatni. Erre a célra nem a radikális hatású tannint, vagy annak oldatait használják, hanem a csersav vegyületeit, melyekből a szervezetben lassan haladván, a csersav enyhébb hatást vált ki. Előnyük ezeknek a vegyületeknek, hogy a bélcsatornában végig kifejthetik hatásukat, mert a bélben való tovahaladásuk közben állandóan hasad le belőlük aktív csersav.

A bismuth és gallussav hatástani tulajdonságait egyesíti magában a bismuthum tannicum.

Belsőleg alkalmazva és a bélbe kerülve megköti a peristaltica kiváltásában fontos kénhidrogént, mint Bi_2S_3 . Mind a gyomor, mind a bél nyálkahártyájának felületét finoman bevonja és így bizonyos mértékben védi azt a kémiai ingekerk ellen. A Bi_2S_3 képződése közben keletkező csersav enyhe összehúzó adstringens hatást fejt ki. Frissen keletkezett sebfelületeken, ahol a sarjadzás még nem indult meg, nagy mennyiségben való használata kerülendő, mert az onnan felszívódva komoly mérgezé-

seket okozhat.

Adagja belsőleg 0.5 - 1.0 gr háromszor, vagy többször napjában. A IV. Magyar Gyógyszerkönyv házilag készítetteti.

-o-

Előállítási módja és vizsgálata.

2/ Dörzsölj össze 25 gr bázisos salétromsavas bismuthot 50 gr destillált vízzel. Öntsd a keveréket palackba és elegyíts hozzá kevergetés közben 20 gr ammonioldatot.

A palack tartalmát rázd össze többbizben. Másnapra gyűjtsd a csapadékot szűrőre és mosd ki jól destillált vízzel, azután tedd azon nedvesen porcelláncsészébe és keverd össze 30 gr csersavval, amelyet ugyanannyi meleg destillált vízben oldottál. A tömeget szárítsd meg kevergetés közben vízfürdőn tökéletesen és a száraz maradékot dörzsöld finom porrá.

Izzító lemezkén hevítve sziporkázás nélkül megszenesedik, hosszasan izzítva pedig sárga maradékot ad.

Ha próbáját /0.20/ 10 ccm destillált vízzel 10 csepp sósavval és 10 csepp glycerines natrium sulfid-oldattal enyhe melegítés közben rá-

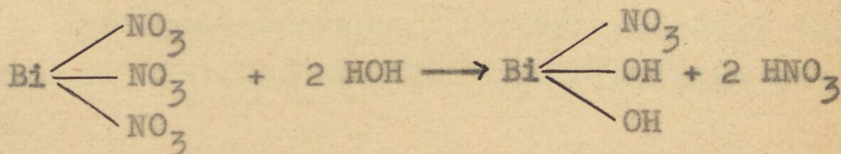
zogatód, a keletkezett bismuth sulfidról leszűrt folyadékban kénsavas chininoldat sárgásfehér színű csapadékot okoz. Higitott ferrichlorid-oldattal rázogatva kékesfekete zavaros folyadék keletkezik.

Ha a készítményből 1 gr-ot a bázisos gallussavas bismuthnál leírt módon bismuth oxiddá alakítasz, ennek sulya 0.38 - 0.42 gr legyen.

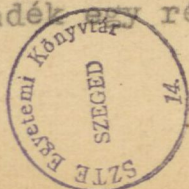
Chemiája.

A bismuth tannátnál a Gyógyszerkönyv még csak tájékoztató képletet sem közöl, mert a molekula képlet ismeretelen. Az előállítás chemiai mechanizmusa a következő.

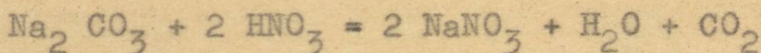
A bismuth subnitrát szabályos Bi/NO_3 -ból készül úgy, hogy az oldatát forró vízzel bőségesen felhigitjuk. A bismuth nitrát hydrolysiszt szenved és fehér, laza, nehéz bázisos csapadék válik le a következő egyenlet szerint:



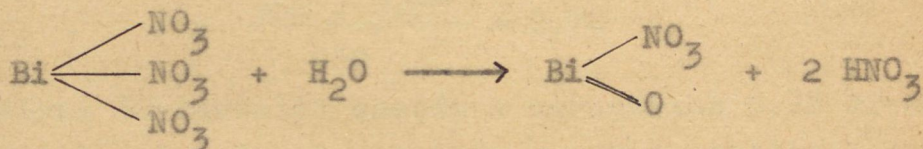
A reakció reversibilis, mert 2 mol. HNO_3 termelődik, mely a csapadék egy részét feloldja. Teljessé



tehetjük azzal, hogy a felszabaduló salétromsavat szodaoldattal, vagy kalium karbonat-oldattal megkötjük.



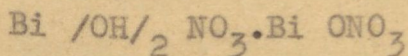
Élénk pezsgéssel széndioxydgáz fejlődik és a bázisos csapadék most már teljesen leválik. A csapadék főtömege $\text{Bi}/\text{OH}/_2 \text{NO}_3$ - képletnek felel meg, mol.sulya 305 gr, viszont egy másik bázisos só leválása is lehetséges.



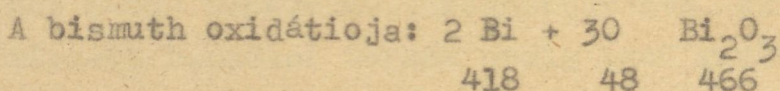
utóbbinak a mol.sulya 287 gr.

A gyógyszerkönyv tájékoztató képletet ad meg és pedig $\text{Bi}/\text{OH}/_2 \text{NO}_3 \cdot \text{Bi ONO}_3$ mol. sulynak a ket-
tő összegét 592 gr-ban adja meg. Ez végeredményben csak tájékoztató megoldás, mert más összetételű bázisos só leválása is lehetséges.

Értékmeghatározása izzítási próbával történik. Fém Bi tartalma kb. 70%, Bi_2O_3 -tartalma pedig 78 %.



$$\begin{array}{rcl} & \text{Ms} & 2 \text{ Bi} \\ 305 \text{ gr} + 287 \text{ gr} & = & 592 \text{ gr} : 418 \text{ gr} = 100 : X \\ X & = & 70 \% \text{ fém Bi tartalom} \end{array}$$



A bemért 1 gr-ban van 0.70 gr fémes Bi, melyet izzítva, illetve oxidálva Bi_2O_3 -á alakítunk. A szabályosan nyerendő mennyiség kiszámítása:

$$\begin{array}{l} 418 : 466 = 0.70 : X \\ X = \frac{466 \cdot 0.70}{418} = 0.78 \end{array}$$

Helyes Bi-tartalom esetén a maradéknak 0.78 gr-nak kell lennie. A Gyógyszerkönyv csupán tájékoztató képlet ismeretében nagyobb ingadozást enged meg, 0.78 - 0.80 gr izzítási maradékot szabva meg.

Gyakorlatilag a meghatározás 1 gr bemért anyagnál jól alkalmazható.

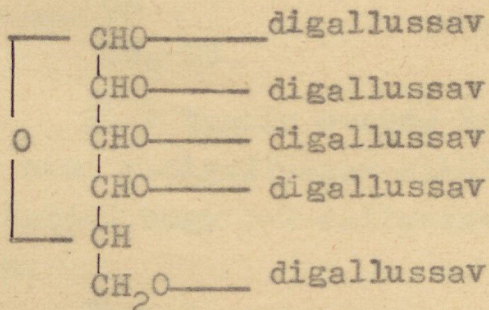
^{3/}A csersav a phenolcarbonsavakhoz közelálló, magas molekulásulyu észterszerkezetű cserző anyag. Vizben enyhén savi kémhatással oldódik, FeCl_3 -al buzavirágkék színeződést ad. Fehérje és enyv oldatokban csapadékot idéz elő. Mint más észterek, úgy a tannin szerkezetére is a hydrolytikus lebontás vetett világot. Sav, vagy a tannose nevű

enzym egy savanyu és egy alkoholos componenst tesz szabaddá. Az előbbi legtöbbször gallus sav, de lehet p-oxy benzoesav, lecanorsav stb. Az alkohol-ter-mészetü hasadási termék pedig igen gyakran egysze-rü cukor /szőlőcukor/ vagy más hasonló termék.

Kémiailag legjobban felderített a chinai tannin, amelynek hydrolysisénél E.Fischer és Freu-denbergről 1 mol. szőlőcukrot és kb. 10 mol.gallus savat nyert. Szerintük 2 mol.gallus sav úgy hat egymásra, hogy az egyik sav carboxilja a másik sav hydroxiljával estertképez és pedig metahelyzetben, ez az u.n. depsid-kötés.

Ha a szőlőcukornak mind az öt hydroxil-ja egy-egy ilyen digallus savval esterifikálódik, úgy penta-m. digalloil-glycose a termék.

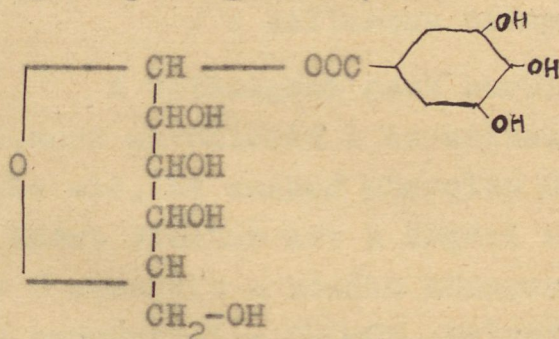
Schematikus képlete:



Fischer Emilnak sikerült szőlőcukorból a tanninnak megfelelő produktumot szintetizálni és a keletkezett vegyület a nativ csersavakkal analog tulajdonságokkal bír.

A tannin szerkezetéről alkotott nézeteket a következő érvek támogatják:

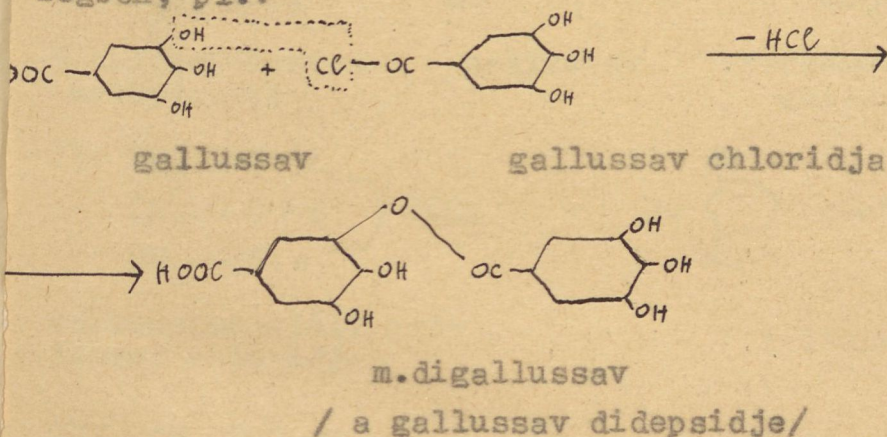
1./ Találtak a növényvilágban a fenti esterekhez egészen hasonló szerkezetű, egyszerűbb termékeket, amelyeket sikerült teljes biztonsággal felderíteni és synthetisálni; ilyen pl. a glucogallin.
/1 - galloyl - glucose/



2./A tannin óvatos hydrolysis útján sikerült némi m.digallussav elkülönítése, ami világosan mutatja, hogy 2-2 gallussav függ össze a molekulában.

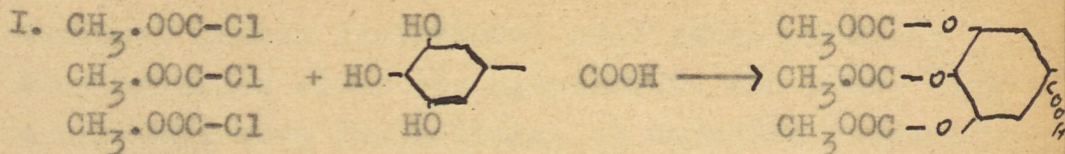
Phenol-carbonsavak estereit phenol carbon-savakkal Fischer szerint depsideknek nevezzük.

A depsid synthesisis gyakorlati kivitelének alapgondolata: valamely phenol-carbonsav chloridja reagáljon egy második molekula savval alkalikus közegben, pl.:



A valóságban csak kerülő uton lehet célhoz jutni, mert savchlorid a tapasztalat szerint nem állítható elő, ha szabad phenolos OH van a molekulában. Ezért Fischer azt a fogást alkalmazta, hogy a OH-ok H atomjait a később könnyen lehasítható carbometho csoporttal - $COO-CH_2$ helyettesítette. Az alábbiakban kissé egyszerűsített digallussav synthesis tehát a következő lépésekből állt: a gallussav carbomethoxylálása chlorszénsav-methylester $Cl-COO-CH_3$ segítségével /I./. - Savchlorid készítése a carbomethoxylált gallussavból, majd a chlorid reagáltatása 1 mol. gallussavval /II./, végül a carbometho-

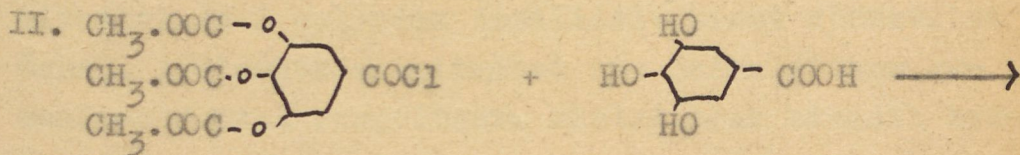
xy csoportok lehasítása a végtermékből /III./.



3 chlórszénsavas
methylester

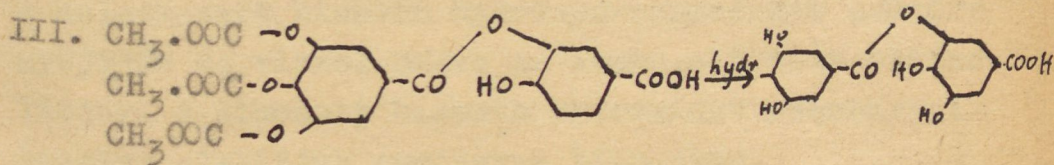
gallussav

carbomethoxylált
gallussav



carbomethoxylált gal-
lussav chloridja

gallussav



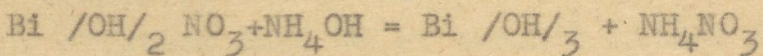
carbomethoxylált digallussav

m.digallussav

Az így nyert m.digallussav chloridját Fischer és Bergmann acetylálták, majd enyhén alkálikus közegben szőlőcukorral hozták össze, mire a pentadigelloyl glucose acetyl származéka keletkezett, amelynek óvatos hydrolysisével a chinai tannintól alig megkülönböztethető penta m.digalloyl-glucoset nyertek.

A valóságban sokkal bonyolultabb a helyzet, mert számos variációval kell számolnunk, úgy hogy egységes képet nem nyerhetünk. Már most, hogy a Bi /OH/_3 hova kapcsolódik, az egyelőre felderítetlen probléma.

Gyógyszerkönyvünk 1 sulyrész bismuth subnitrátot és 2 sulyrész destillált vizet dörzsöltet össze. A bismuth subnitrátot viz jelenlétében ammonia-oldattal reagáltatva átalakítjuk bismuth hydroxyddá:



A keletkezett bismuth hydroxyd-csapadékot szűrőre gyűjtjük és vízzel mosva az ammon.nitrátot eltávolítjuk. A kimosott bismuth hydroxidot csersavval kezelve alakítjuk csersavas bismuthtá.

A Gyógyszerkönyvben hivatalos csersav halványsárgás színű, fanyar, laza por. Vízben, szeszben és glycerinben bőségesen oldható, aether alig oldja.

4/ A Hager-kézikönyvben a bismuth tannát előállítására a következő eljárást találtam.

12 gr bázisos bismuth nitrátot üvegben 10 gr 10 %-os ammonia-oldattal és 15 gr vízzel osszerázzuk, majd szűrőre gyűjtjük és vízzel kimossuk.

A kapott csapadékot 15 gr viz és 15 gr csersavval alakítjuk át csersavas bismuthtá, kiszáritjuk és porítjuk. Körülbelül megegyezik az előállítása a Magyar Gyógyszerkönyv előíratával.

5/ Az V. svájci gyógyszerkönyvben hivatalos bismuth bitannát előírata:

48 gr Bism. nitricum

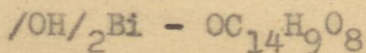
60 gr hig ecetsav

75 gr csersav és elegendő viz.

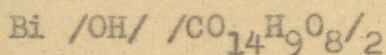
75 gr csersavat 400 gr destillált vízben old, ehhez az oldathoz önti 48 gr bismuth nitrát és 60 gr hig ecetsav oldatát. A kivált csapadékot 6 óra hosszat állni hagyja, azután szűrőre önti és vízzel addig mossa, míg a lecsepegő mosóvíz nitrátra nem ad reakciót. A bismuth bitannátot 40°C -on kiszáritja és finoman porítja. A bismuth bitannátnak izzítás után legalább 20 % - 24 % Bi_2O_3 -t kell hátrahagynia.

6/ Chem.Fabrik von Heyden A.G. Raderbeul b. Dresden bismuth monotannát előírata:

Melegítünk bismuth hydroxydot tannin-oldattal, úgy kiválik a therápiában jól ismert és alkalmazott bismuth subtannát, vagyis bismuth monotannát csapadék, melynek megközelítő formulája:



Ezt hevítve közel 41 % Bi_2O_3 -t hagy hátra. Ez a preparátum csak akkor keletkezik, ha a bismuth nitrátot háromszoros mennyiségű csersavas Na-val főzzük. Ha a bismuth monotannátot további taninnal kezeljük, úgy bismuth ditannát keletkezik, amelynek képlete közelítőleg:



A keletkezett vegyületet melegen szárítjuk és porítjuk. Az így előállított bismuth ditannát nagyon könnyű világossárga por, gyengén savanyu ízű.

Hidegvizes közegben reagáltatva egészen gyengén savas és Fe Cl_3 gyenge kék színt ad. Nátronlugban és híg sósavban bőségesen oldódik. Bi_2O_3 tartalma kb. 20 %.

Ha a szárítást 100-110 $^\circ\text{C}$ -on végezzük, úgy ennek Bi_2O_3 tartalma 24.7 - 26.8 % lehet.

A bismuth ditannátot huzamosabb ideig vízzel főzve és szűrve monotannátot kapunk.



A Gyógyszerkönyv előbb elkészítetteti a bism.hydroxydot bismuthnitrátnak és ammonium hydroxydnak egymásra való reagáltatásával, az így kapott csapadékot aztán az ammoniumnitráttól alaposan kimosatja. A bismuthhydroxydot azután csersavoldattal kezeli és a kapott bismuttannátot jól kimosva szűri, szárítja és porítja.

Célom az volt, hogy a bismuthtannátot praecipitatioval állítsam elő, mert így igen finom eloszlásu a csapadék állománya.

A praecipitatioval való előállítás igen gyakran használt módszere Gyógyszerkönyvünknek.

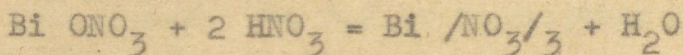
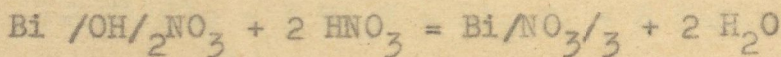
A Gyógyszerkönyvbeli bismuthtannát előállítását a következőképpen módosítottam:

Az előírt mennyiségű bismuth subnitrátot éppen elegendő mennyiségű híg /15%/ salétromsavban oldottam melegítéssel. 12.5 gr anyag feloldódott 20 ccm 15 %-os salétromsavban. Az oldatot forrón szűrtem és hozzáadtam 15 gr csersavnak vízben oldott mennyiségét NH_4OH -val elegyítve, szűrve. Kivált a bismuthtannát csapadék. Mivel a bismuth subnitrát oldásánál salétromsavat használtam, úgy ennek a teljes közömbösítésére még fölös NH_4OH -ot adtam a csapadékos folyadékhoz, míg a szaga érezhetővé

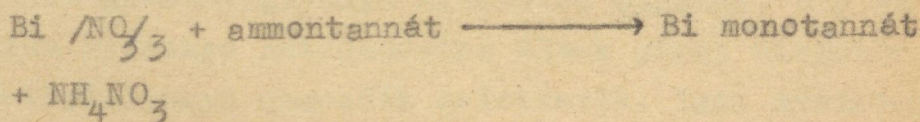
nem vált. Így elértem, hogy az egész bismuthtannát csapadék levált.

A reakció egyenletek a következők:

Bism. subnitrát oldása:



A bismuthnitrát reakciója az ammonium tannáttal.



A szabad salétromsav megkötése ammonium hydroxyddal:

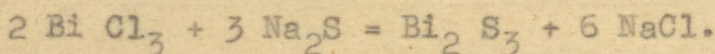
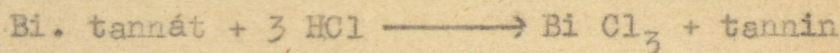


A bismuth monotannát mellett keletkezik NH_4NO_3 , amely vízben igen jól oldódik, viszont a bismuthtannát nem oldódik. A csapadékos folyadékot tehát szűrőre viszem és addig mosom, míg a lecsepegő mosó víz nitrátra negatív nem lesz. A csapadékot szárító szekrényben enyhe melegen megszárítottam és utána finoman porítottam.

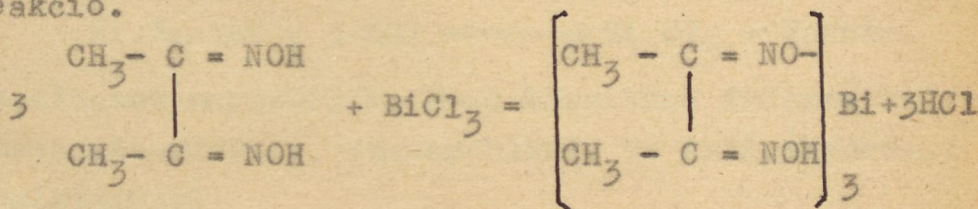
Az így elkészített bismuthtannáttal a következő kvalitatív vizsgálatot végeztem:

1./ Ha próbáját /0,2 gr/ 10 ccm destillált vízzel és 10 csepp sósavval és 10 csepp gly-

cerines nátriumsulfid-oldattal enyhe melegítés közben rázogatjuk, barnásfekete bismuthsulfid csapadék keletkezik.



2./ ^{7/} Ha 0.2 gr próbájához adunk 10 ccm dest.vizet és pár csepp koncentrált sósavat, majd pár ccm dimethylglyoxyn alkoholos oldatát, hig ammonium hydroxyd hozzáadására élénk sárga bismuth-dimethylglyoxyn csapadék keletkezik. Igen érzékeny reakció.

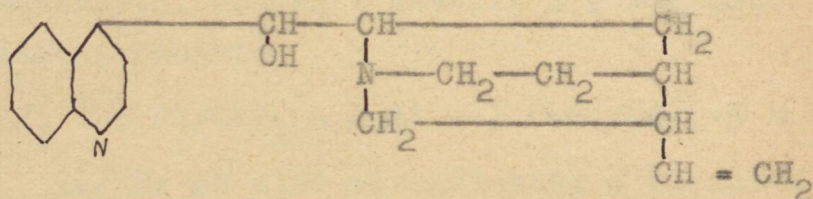


Az ammonium hydroxyd a sav lekötésére szolgál.

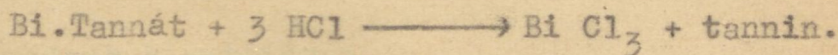


3./ ^{8/} A bismuth cinchoninnal és kaliumjodiddal neutrális vagy gyengén savanyu oldatban narancsvörös, u.n. kettős jodidot képez. Ennek az intenzív és érzékeny színreakciónak kivitele ugyis történhet, hogy kb. 5 cgr. bismuthtannátot pár csepp sósavban és 1-2 ccm vízben oldunk enyhén melegítve s az oldatot megszűrjük. Szűrőpapírcsikot cin-

choninchlorid oldatába mártunk és megszárítjuk. Erre a papírra cseppentünk káliumjodid és bismutholdatot, intenzív narancsvörös szín áll elő.



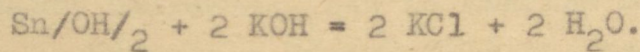
4./ Kevés bismuthtannátot /0.1 gr/ pár csepp töménysósavban kevés vízzel felmelegítve oldunk



Az oldatot megszűrjük. Most készítünk frissen kaliumstannit-oldatot, stannochlorid és kaliumhydroxyd segítségével



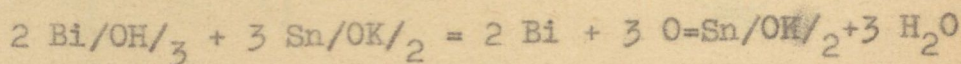
fehér stannohydroxyd-csapadék válik le, mely a kémszer feleslegében szintelenül oldódik, mint kaliumstannit.



Az így elkészített oldatot a megszűrt bism.chlorid oldathoz adjuk, fekete fémbismuth-csapadék válik le.



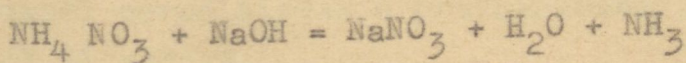
előbb bismuth hydroxyd válik le, mert a kaliumstan-nit erősen lúgos. A bismuth hydroxyd most magával a kaliumstanittal reagál s leválik a fémbismuth. Igen érzékeny reakció.



5./ Ha az első vizsgálatnál a bismuthsul-fidcsapadékos folyadékot megsűrjük, a szüredékhez ferrichlorid oldatot cseppentünk, kékesfekete szín, ferritannát keletkezik.

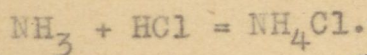
Szennyezések kimutatása:

1./ NH_4 / 0.2 gr bismuthstannáthoz kb. 5 ccm vizet adva és 5 ccm 2xn nátronlúgot melegítés-kor ne fejlesszen ammonia szagot.



a fejlődő gázt felismerhetjük szagán kívül úgy, hogy a kémcső fölé dest.vizzel megnedvesített vörös lak-muszpapírt helyezünk, azt ne kékítse meg.

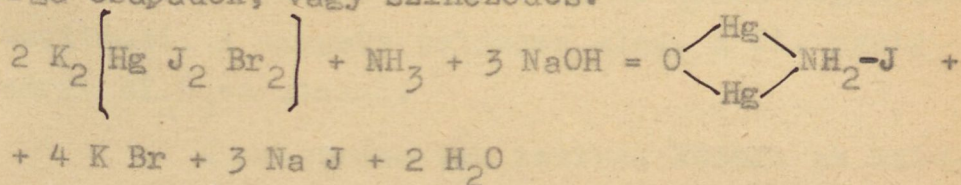
Vagy, ha a kémcső fölé cc.sósavba mártott üvegbotot teszünk, ne keletkezzen füst. $\text{NH}_4\text{Cl/}$



2./ 0.3 gr bism.tannátot 5 ccm vízzel jól



összerázzuk és a folyadékot szűrjük. Az ammonium-nitrát szennyezés jól oldódik, a bism.tannát nem. A szüredékhez Nessler-reagenst adva, ne keletkezzen barna csapadék, vagy szineződés.



3. /NO₃/. 0.3 gr bism.tannátot 5 ccm vízzel összerázzunk, az ammoniumnitrát feloldódik. A folyadékot szűrjük, a szüredékhez /kb.2-3 ccm/ ötszörös mennyiségű conc.kénsavat adunk. A felmelegedett folyadékot lehűtjük és frissen készített tömény ferrosulfát-oldatot rétegezve rá, barna színű gyűrű nem keletkezzék.

Az ammoniumnitrát szennyezés jelenléte a készítésnél marad vissza a praeparatumba, ha azt nem mostuk ki eléggé.

Az V.svájci gyógyszerkönyvben hivatalos a bism.ditannát. Ezt a praeparátumot is elkészíthetjük, /lásd:előírat/ a vizsgálatok összehasonlítása szempontjából.

Értékmeghatározás.

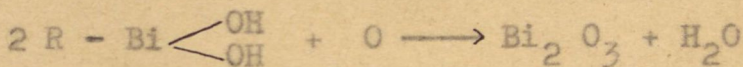
A Magyar Gyógyszerkönyv izzitációs próbát ír elő, amelyet célszerűen úgy hajtát végre, hogy 1 gr bismuth tannátot méret le és quarz-tégelyben hevítetteti. A csersav teljesen elég, a Bi. pedig sárga Bi_2O_3 -á alakul.

A salétromsavat izzítás közben az oxidáció teljessége céljából cseppentjük a maradékhoz.

A Gyógyszerkönyv a bismuth tannátnál 0.38-0.42 gr Bi_2O_3 -at kíván izzítás után 1 gr bemért anyagból.

Ezt a két határértéket azért állítja be ilyen lazán, mert a vegyület pontos képletét nem ismerjük és így bizonyos csökkenések és emelkedések előadódhatnak.

Feltételezve, hogy a Bi egy vegyértékkel kapcsolódott a csersavhoz, az alapegyenletet a következőképpen írhatjuk:



9/ Az izzítás maradékából a százalékot a következő képlettel számítjuk ki:

$$x = \frac{\text{th-t}}{a} \cdot 100$$

ahol a t_h = a tégely + izzási maradék összsulya,
 t = üres tégely sulya, a = az izzáásra lemért a-
nyag sulya, X = izzási maradék %-ban.

Tekintettel arra, hogy a Bi tannát gra-
vimetrikus meghatározása elég hosszadalmas /a té-
gelyt mérés előtt kiizázzuk, exsiccatorban hütjük,
mérjük, utána lemézzük az 1 gr Bi.tannátot, azt ki
kell izzáni HNO_3 -al lecseppinteni, ismét izzá-
ni állandó sulyig/. A titrimetrikus módszer helyes
alkalmazásával ezt az időt lecsökkenthethénk.

A titrimetrikus megoldás csakis a Bi.-tar-
talonon vihető keresztül. A tannát alkatrészt alap-
ján azért nem lehetséges, mivel a nativ tannin kép-
latét pontosan nem ismerjük.

A következő Bi meghatározásokat találtam
az irodalomban.

Gravimetrikusak:

Mint oxyd: ^{10/} Direkt izzitással. A bi. hydroxyd, carbonat, nitrát és némely org. sav sója Bunsen-láng fölött izzitással qualitative átalakul Bi oxyddá. Erősebb izzításnál megolvad az oxyd és megfogja a porcellánt. A bismuth vegyületet fémmé redukáljuk és a fémet mérjük.

Formaldehyddal alkalikus oldatban:

11/ Gyengén savanyu bismuth-oldatot formaldehyddal és erősen fölös, kb. 10 %-os NaOH-val kezelve vízfürdön melegítjük, míg a folyadék tökéletesen kitisztul és végül néhány perc után formaldehyd és alkalilug ismételt hozzáadásával Bunsen-láng fölött hevítjük. A csapadékot ismételten forró vízzel dekantálva újra felfőzzük és egy üvegbot segítségével összekeverjük. A szivacsos csapadékot asbesten szűrve 105 C^o-on szárítva mérjük.

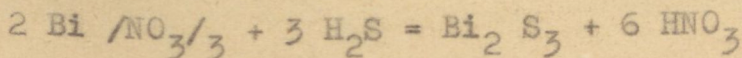
Hypophosphoros savval:

12/ Nem erősen savanyu, meglehetősen koncentrált

Bi-sav oldatot fölös hypophosphoros savval kezelünk és vízfürdön melegítünk, míg további kémszer hozzáadásakor a forró csapadékos folyadék tisztájából színeződés már nem keletkezik. A hypophosphoros sav redukálja a Bi vegyületet elemi fém-bismuthtá. A különvált vörhenyesszürke fémcsapadékot szűrjük és forróvízzel való mosás után abszolút alkohollal is kimossuk és 105°C -ra szárítva mérjük.

Leválasztás H_2S -el.

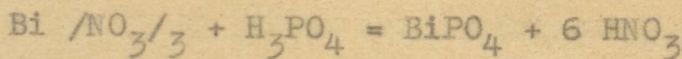
13/ Az oldatnak csak gyengén szabad salétromsavasnak lenni. A bázisos Bi nitrát kiválásának megakadályozására az oldatot ecetsavval kell megsavanyítani. H_2S gázt vezetünk az oldatba, míg a kénhidrogén szaga érezhetővé válik. A kivált csapadékot egy lemért filtrumon megszűrjük és 110°C -on kiszárítva mérjük.



A foszfát meghatározási forma a legelőnyösebb.

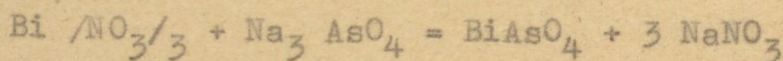
14/ Híg salétromsavas oldatban $/0.30-0.50$ Bi nitrát/ a Bi iont kb. 25 %-os phosphorsavval választjuk le forrón és a csapadékot azon forrón Gooch-tégelyben gyűjtjük össze. Forró oldattal kimossuk, szárítjuk és mérjük, mint Bi foszfátot.

A mosó oldat: 15 ccm HNO_3 Dl, 10 + 100 ccm H_2O +
3 gr NH_4NO_3 /



15/ Mint arsenát:

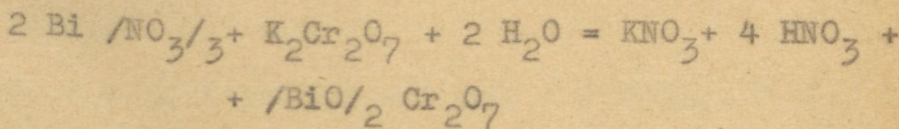
Bismuth só oldatához fölös Na_3AsO_4 oldatot adunk.



Bi arsenat csapadék válik le. Szűrjük, mossuk, szárítva, mint $\text{BiAsO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ -t mérjük.

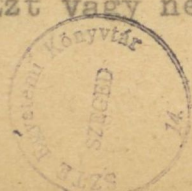
16/ Mint chromát:

Bismuth nitrát oldatához fölös calium bichromátot adunk, narancssárga színű kristályos bismutylchromát csapadék válik le. A csapadékot G_4 üvegszűrőre gyűjtjük, vízzel kimossuk, 110°C -on szárítva mérjük.



17/ Mint pyrogallát:

Sósavas, salétromsavas, vagy kénsavas Bi oldatot cseppenként híg NH_4OH -val addig semlegesítünk, míg zavarosodás nem keletkezik. Ezt vagy néhány csepp

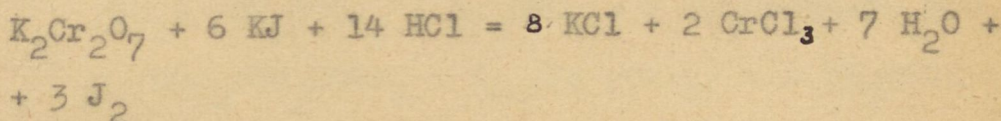
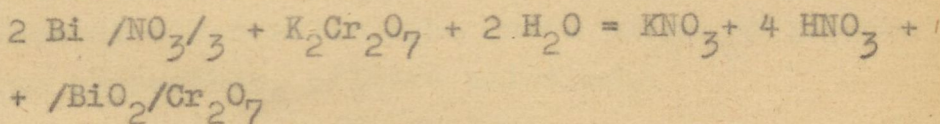


hig salétromsav hozzáadásával eltüntetjük, vagy mindjárt pyrogallol-oldattal kezeljük, amikor is bőséges csapadék válik le felfőzés után. A csapadék finom kristályos sárga színű, porcellán szűrőn átszűrjük és előbb hig salétromsavval, azután vízzel kimosva 110 C°-on szárítva mérjük.

Titrlások.

18/ Mint chromát:

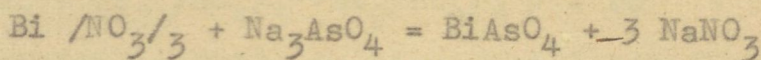
A Bi só oldatához fölös n/10 $K_2Cr_2O_7$ oldatot adva narancssárga bismuthylchromát-csapadék válik le. A csapadékos folyadékot szűrjük. A szüredék aliquot részében a fölös bichromátot jodometrikusan határozzuk meg.



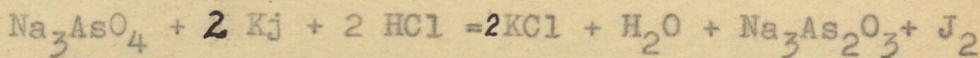
19/ Mint arsenat:

Bism.só oldatához fölös n/10 Na_3AsO_4 oldatot adunk,

bism. arsenat csapadék válik le.

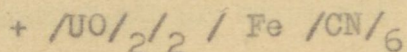
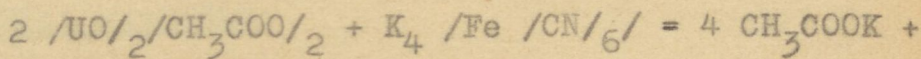
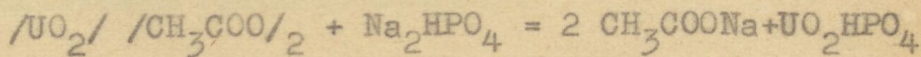


A csapadékos folyadékot szűrjük, a szüredék aliquot részében az arsenat feleslegét jodometricusan mérjük.



20/ Mint phosphat:

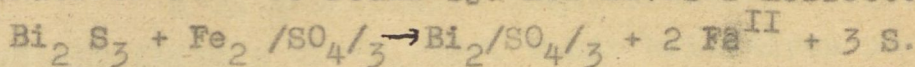
Gyengén salétromsavas Bi oldatot Na_2HPO_4 feleslegével kezeljük, fehér bism. phosphát csapadék válik le. A csapadékos folyadékot szűrjük, a szüredék aliquot részében a szabadsavat natrium acetattal tompítjuk és a fölös phosphat iont uranylacetattal visszatitraljuk, sárgásfehér csapadék keletkezik. Indikátorként szolgál csepp-próba sárga vérlugsóval. Az uranylacetát-oldat feleslegbe jutva sárga vérlugsóval barna csapadékot, illetve szint ad.



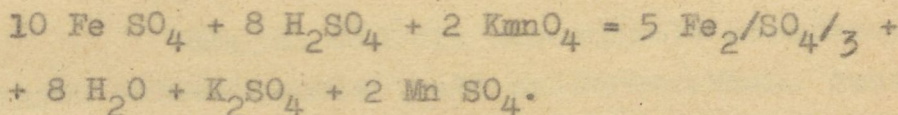
21/ Mint sulfid:

A bism. sulfidot ferrisulfáttal reagáltatjuk az Fe^{III}

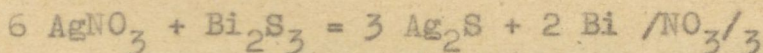
alkatrész Fe^{II} -vé redukálja kén kiválás mellett.



A bism.sulfidot fölös ferrisulfáttal kezeljük, forrásig hevítjük, kihülés után az oldatot kénsavval megsavanyítva az Fe^{II} -t KmnO_4 -el visszatitráljuk Fe^{III} -á.



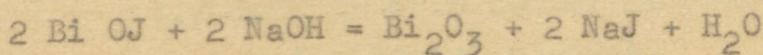
Frerichs szerint a bism.sulfid és AgNO_3 között a következő reakció áll fenn:



A frissen leválasztott bism.sulfidot egy mérőombikban fölös n/10 AgNO_3 -al reagáltatjuk, azután hig salétromsavval megsavanyítjuk és jelleg vizzel kiegészítjük. Szűrjük. A szüredék aliquot részében az Ag ion feleslegét n/10 NH_4SCN -al mérjük, vastimsó jelenlétében Vohlhard szerint.

22/ Mint oxyjodid:

Oldunk 0.40 gr bism.sót 1/2 vagy 1/4 normál sósavban. Adunk hozzá 2 gr KJ-ot, felhigitjuk 100 ccm-re és 25 ccm-et kivéve NaOH-val titráljuk vissza, míg az élesen sárga csapadék szintelen nem lesz.



A Bi quantitativ meghatározására legelőnyösebb forma a $\text{Bi PO}_4/23/$. Fehér kristályos por, vagy átlátszó fénylő monoklin prizmák. Forró vízben nem oldódik /24/, vízzel való hosszan tartó főzéskor sem szenved hydrolysiszt, mint a legtöbb bism. só.

Könnyen oldódik koncentrált sósavban, nagyon nehezen koncentrált salétromsavban. Foszforsav és oldható foszfátok bism.só oldatában fehér csapadékot ad, mely salétromsavban praktice nem oldódik.

A bism.tannátot úgy gondolom meghatározni, hogy hig salétromsavban feloldom, adok hozzá forrón n/10 Na_2HPO_4 oldatot. A bism.phosphát csapadék leválik. A phosphát ion feleslegéhez szűrés után fölös n/10 AgNO_3 -at adok és pedig akkora mennyiségben, mint az Na_2HPO_4 -ből adtam. Leválik az ezüst-phosphát sárga csapadék alakjában és a fölös ezüst ion mennyiségét, amely a bism.leválasztására használt phosphát ionnal egyenértékű, Vohlhard szerint méröm n/10 NH_4SCN -al vastímsó jelenlétében. Az első feladatomban megállapítani a különböző oldási viszonyokat:

1./ 0.50 gr bism.tannát 10 ccm 10 %-os salétromsavban melegítéssel oldódik.

2./ Az így kapott forró oldathoz forró Na_2HPO_4 10 %-os oldatát adva, jó ülepedő BiPO_4 csapadékot kaptam.

3./ 10 ccm 10 %-os Na_2HPO_4 oldathoz fölös AgNO_3 -at adva, sárga ezüst foszfát csapadékot kaptam.

4./ Az ezüst nitrát oldathoz NH_4SCN -oldatot adva, fehér csapadék keletkezik.

5./ 10 ccm 10 %-os csersav-oldathoz AgNO_3 -at adva, csapadék nem válik le, tehát a csersav jelenléte nem zavar.

A 2./ és 4./ próba qualitativ. Most az a kérdés, hogy a PO_4 és Ag^7 között végbemenő reakció quantitativ-e. Evégből utánanéztem az irodalomban és a következő adatokat találtam.

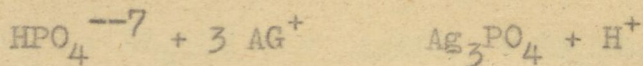
A tertier ezüst foszfát $[\text{Ag}_3\text{PO}_4]$ a nagyon nehezen oldódó sókhoz tartozik.

Kolthof szerint:

$$[\text{Ag}_3\text{PO}_4] = [\text{Ag}]^+ / 3 \quad [\text{PO}_4]^{---} = \text{kb. } 10^{-21}$$

25/ A szám csak a nagyságrendet mutatja, pontosabban nehéz meghatározni. A phenolphtaleinnel neutralizált foszfát-oldat csak kevés tertier foszfátot tartalmaz. Jóval több a secunder foszfát. Az

AgNO_3 a secunder phosphaton így reagál:

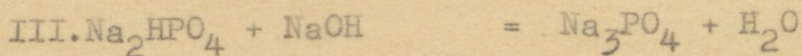
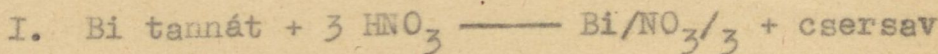


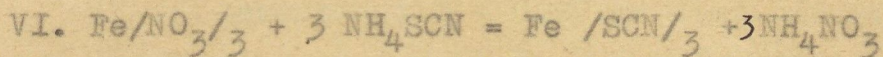
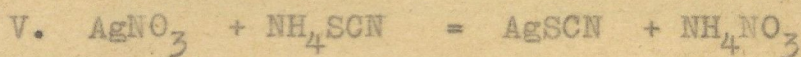
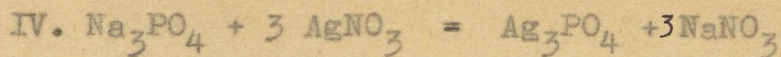
H ion, vagyis sav jelenlétében az ezüst phosphat oldékonysága megnövekszik és ez a titráláskor már hibát idézhet elő.

Kolthof szerint úgy járhatunk el, hogy a phosphátot fölös $n/10$ AgNO_3 -al lecsapjuk és az ezüst phosphatos csapadékos folyadékot phenolrot indikátor jelenlétében chloridmentes nátronluggal titráljuk vörös színig. A csapadékos folyadékot szűrjük és az ezüst iont NH_4SCN -al mérjük $\text{Fe}/\text{NO}_3^{1/3}$ jelenlétében rozsdaszínig. /A phenolrot savérzékeny indikátor savban sárga, lugban piros és pedig PH_8 -nál./

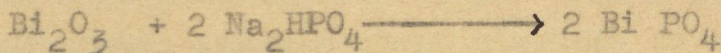
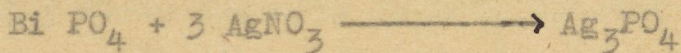
A phosphát argentometriás mérésének ismeretével és von Muir-nek bism. meghatározásával phospháton keresztül, úgy látszik, elgondolásom kivihető.

Reakcióegyenletek a következők:





A bism.tannát értékmeghatározását Bi_2O_3 -ra kell kiszámítani, ugyanis a mérések így a Gyógyszerkönyv adatival összehasonlíthatók:



466 gr

6 lit.n.

$$\frac{466}{6} = 77,67$$

1 lit.n.

07.767

1 lit.n/lo

0.007767

1 ccm = fautor

1 ccm n/lo NH_4SCN = 1 ccm n/lo AgNO_3 = 1 ccm n/lo

$\text{Na}_2 \text{HPO}_4$ = 0.007767 gr Bi_2O_3

- □ -



A meghatározás gyakorlati kivitele.

Lemértem 1.0 - 0.20 gr bism.tannátot, ami megfelel 0.40 - 0.08 Bi_2O_3 -nak/ óraüvegen, ezt egy 100 ccm-es üveg dugós mérőlombikba viszem. Adtam hozzá 20 ccm 10 %-os salétromsavat és forralva oldottam. Ekkor a forró oldathoz adtam fölös éspedig 60-40 ccm n/lo Na_2HPO_4 oldatot bürettából és a csapadékos oldatot pár percig tovább forraltam, ezután csapviz alatt hűtöttem és destillált vízzel jelig kiegészítettem. Szűrőpapíron egy kb. 150 ccm-es főzőpohárba szűrtem a csapadékos folyadékot. A szüredékből kivettem 100 ccm-t pipettával és egy 200 ccm-es üveg dugós mérőlombikba vittem. 3-4 csepp phenolrot indikátor jelenlétében /folyadék megsárgul/ titráltam n/2 NaOH-al gyengepiros színig. Ezután fölös éspedig 20 ccm n/lo AgNO_3 oldatot adtam hozzá bürettából. Levált az ezüst phosphát csapadék. A csapadékos folyadékot jelig feltöltöttem, megszűrtem, a szüredékből pipettával kivettem 100 ccm-t és azt egy titráló lombikba vittem. Adtam hozzá 5 ccm 10 %-os salétromsavat és 0.50 gr $\text{Fe/NO}_3/3$ -at és az AgNO_3 -at n/lo NH_4SCN -al titráltam rozsdaszínig.

Titrláskor például: 0.50 gr.bismtannát

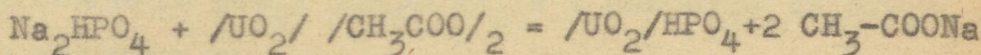
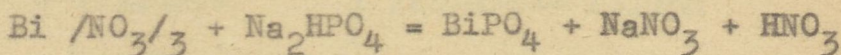
bemérésénél ennek megfelelő n/lo Na_2HPO_4 , illetve ezzel egyenértékű n/lo AgNO_3 oldat van a titráló lombikban. Tehát, ha az AgNO_3 -ra elhasznált n/lo NH_4SCN oldat köbcentimétereit megszoroztam 4-el, s megkaptam a 0.50 gr bism.tannátban lévő Bi_2O_3 tartalmat garmmokban kifejezve. Ezt arányba állítottam 1 gr bismuthtannáttal s megkaptam az 1 gr bismuth-tannátnak megfelelő Bi_2O_3 tartalmat. Az eredmény $\times 100 = \%$.

Meghatározáshoz szükséges oldatok:

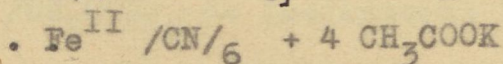
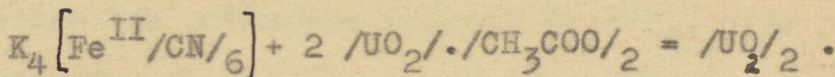
n/lo AgNO_3 /készítése:	16,9888 gr AgNO_3	—	1000ccm vi
n/lo NH_4SCN	" : 7,6118 gr NH_4SCN	—	1000 " "
n/2 NaOH	" : 20 gr NaOH	—	1000 " "
n/lo Na_2HPO_4	" : $\frac{17,801 \text{ gr}}{3} = 5,932$ gr Na_2HPO_4 .		
2 H_2O	—→	1000 ccm viz.	

Phenolrot indikátor: /0.10 phenolrot + 20 gr alcohol + 80 gr viz.

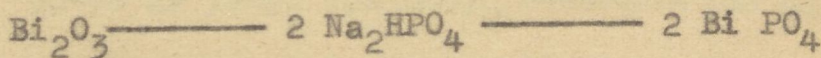
Von Muirnak ismertetett bismuth titrálási módszerét phospháton keresztül uranyl acetáttal mértem, hogy az argentometriás módszeremet, ismert módszerrel párhuzamba állithassam.



Indikátorul sárga vérlugsót alkalmazva



számítások Bi_2O_3 -ra:



$$466 \text{ gr ————— } 6 \text{ lit.n.}$$

$$\frac{466}{6} = 77,67 \text{ gr} \quad 1 \text{ lit.n.}$$

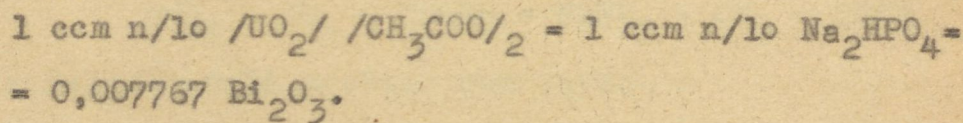
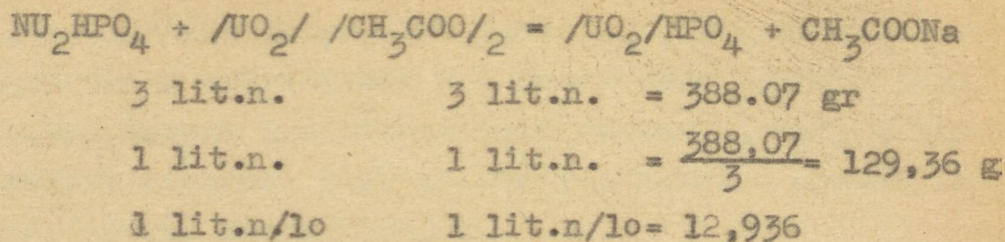
$$7,767 \text{ gr} \quad 1 \text{ lit.n/lo}$$

$$0,7767 \text{ "} \quad 100 \text{ ccm} = \%$$

$$0,07767 \text{ "} \quad 10 \text{ ccm}$$

$$0,007767 \text{ "} \quad 1 \text{ ccm} = \text{factor}$$





A mérésekhez szükséges oldatok Na_2HPO_4 , n/lo $\text{UO}_2 / \text{CH}_3\text{COO} / 2$ és indikátorul $\text{K}_4 \left[\text{Fe} / \text{CN} / 6 \right]$ papír

$\text{UO}_2 / \text{CH}_3\text{COO} / 2$ n/lo oldatának készítése.

6,468 gr $\text{UO}_2 / \text{CH}_3\text{COO} / 2$ ————— 500 ccm.

A sárga vérlugos papírt úgy készítettem, hogy a reagensként használt sárga vérlugsó oldatába, /mely kb. n./ szűrőpapírcsikot mártottam és azt enyhe melegen megszáritottam.

A vizsgálat menete.

Iemérem a bismuttannátot és éppen elegendő 10 %-os salétromsavban melegítéssel oldom 200 ccm-es mérőlombikban. Hozzáadok fölös n/lo Na_2HPO_4 oldatot a meleg oldathoz, a bism.phosphát leválik.

A csapadékos folyadékot lehütöm, jelleg kiegészítve szűröm. A szüredékből 100 ccm-t véve titráló lombikba teszem s a szabad salétromsavat, mely a titrálást zavarná, 3 gr kristályos natrium acetát hozzáadásával megszüntetjük.



a felszabaduló ecetsav nem zavar.

Most a fölös phosphátot uranylacetátnak n/10 oldatával titráljuk, amikor is uranylhydrophosphát csapadék válik le. A titrálás befejeződését úgy ellenőrizzük, hogy időnként a csapadékos folyadékba mártott üvegbottal sárga vérlúgos papírt nedvesítjük meg. Ha a papír nem színeződik, akkor még fölös phosphát van a titráló lombikban, ha megbarnul, úgy az uranylacetát lecsapta az összes phosphátot és a sárga vérlúgsóval barna színű uranyl-ferrocyanidot ad.

Ezután vizsgálat alá vettem a IV. Magyar Gyógyszerkönyvnek megfelelő kereskedelmi bism.tannátot, az általam készített IV. Gyógyszerkönyvnek megfelelő bism.tannátot, a IV. gyógyszerkönyvi eljárás általam módosított praeparátumát és a svájci gyógyszerkönyvben hivatalos bism.ditannátot.

Mindegyik anyagból bemértem 1 - 0.20 gr-ig

csökkentve a mennyiségeket, hogy a mérési módszerek érzékenységet figyelemmel kísérhessem.

A méréseket a gyógyszerkönyvben szereplő izzitási próbákkal végeztem, továbbá az összehasonlítás céljából von Muir uranylacetátos módszerét is kipróbáltam és végül az argentometriás módszerrel végeztem a vizsgálatokat a fent említett prae-parátumokkal. Eredményeimet az alábbi összehasonlító táblázatba tüntetem fel.

Kereskedelmi bism.tannát.vizsgálata.

- 41 -

Bemért Bism. tannát gr	Izzítás- sal kapott Bi ₂ O ₃ gr	%-os érték	Uranylace- tátos titr.elf. n/10 No ₂ HPO ₄ ccm	%-os érték	Argentomet- riás titr.- nál elf. n/10 No ₂ HPO ₄ ccm	Talált Bi ₂ O ₃ gr	%-os érték
1,0000	0,4008 0,4008	40,08	51,70 51,75	40,18	51,50 51,60	0,4004	40,04
0,8000	0,3212 0,3218	40,19	41,60 41,50	40,35	41,45 41,35	0,3216	40,20
0,6000	0,2406 0,2402	40,06	31,10 31,20	40,33	31,025 31,000	0,2410	40,17
0,4000	0,1602 0,1607	40,13	20,80 20,70	40,30	20,80 20,60	0,1608	40,20
0,2000	0,0804 0,0807	40,30	10,50 10,55	40,78	10,45 10,35	0,0808	40,40

A kereskedelmi bismuthtannátnál a gravimetrikus mérések 1.0 - 0.20 gr-ig, 40.06 - 40.30 %-ig ingadoznak, tehát a gyógyszerkönyvnek teljesen megfelelő eredmények.

Az uranylacetátos mérésnél 40.18 - 40.78 %-ig terjedő értékeket kaptam, ami tekintve a módszer nehézségét, /a reakció beteljesedésének észlelése/ magasabbak valamivel, de még mindig elfogadhatók.

Az argentimetrikus méréseknél a reakció vége jól észlelhető; 40.17 - 40.40 % ingadozásokat kaptam, ami a nem tökéletes bemérésekből eredhetett, de az eredmények így is teljesen kielégítőek.

-x-



Az általam készített IV. Gyógyszerkönyvi bism. tannát
vizsgálata.

Bemért Bism. tannát gr	Izzitással kapott Bi_2O_3 gr	%-os érték	Uranylace- táttal elf. $\text{n}/10 \text{ No}_2$ HPO_4 ccm	%-os érték	Argentomet- riás titr. nál elf. $\text{n}/10 \text{ No}_2 \text{HPO}_4$ ccm	Talált Bi_2O_3 gr	%-os érték
1,0000	0,4083 0,4025 0,4086	40,85	52,70 52,70 52,70	40,93	52,65 52,63 52,60	0,4088	40,88
0,8000	0,3260 0,3256 0,3244	40,80	42,10 42,15 42,20	40,18	42,00 41,95 41,90	0,3258	40,75
0,6000	0,2420 0,2421 0,2422	40,35	31,60 31,55 31,50	40,85	31,50 31,45 31,425	0,2443	40,72
0,4000	0,1610 0,1612 0,1614	40,30	21,50 21,50 21,50	41,75	21,40 21,38 21,375	0,1661	40,53
0,2000	0,0810 0,0811 0,0812	40,55	10,60 10,63 10,65	41,29	10,50 10,53 10,55	0,0813	40,80

Az argentometriás értékek kb. megegyeznek a gravimétrikus módszerrel kapott értékekkel, csupán az uranylacetatos titrálásnál kaptam valamivel magasabb értéket.

készített bism.tannát vizsgálata.

Bemért Bism. tannát gr	Talált Bi_2O_3 gr	%-os érték	Uranylacetátos titr.elf.l. $\text{n}/10 \text{NO}_2\text{HPO}_4$ ccm	%-os érték	Argentomet- riás titr. elf. $\text{n}/10 \text{NO}_2\text{HPO}_4$ ccm	Talált Bi_2O_3 gr	%-os érték
1,0000	0,4004 0,4002	40,03	51,65 51,65	40,12	51,55 51,60	0,4004	40,04
0,8000	0,3210 0,3210	40,13	41,50 41,60	40,35	41,40 41,40	0,3216	40,20
0,6000	0,2400 0,2404	40,08	31,20 31,15	40,35	31,00 30,80	0,2400	40,00
0,4000	0,1602 0,1604	40,08	20,85 20,85	40,50	20,70 20,80	0,1634	40,85
0,2000	0,0806 0,0807	40,35	10,50 10,55	41,09	10,40 10,40	0,0808	40,40

A gyógyszerkönyvi által módosított bismuthtannát
iizitási értékei a Gyógyszerkönyv kívánalmainak
megfelelőek.

Az új argentometriás meghatározások is
támogatják a gravimetri~~ikus~~us eredményeket, csupán
az uranylacetátos titrálások mutatnak itt is,
mint előbb, magasabb értékeket.

=
— —

Bismuth ditannát vizsgálata.

Bemért bismuth ditan- nát gr	Talált Bi_2O_3 gr	%-os érték	Uranylac- tatos titr. elfogyott	%-os érték	Argento- metriás titr. elfogyott	Talált Bi_2O_3 gr	%-os érték
1,0000	0,2304	23,04	29,90 29,93	23,25	29,80 29,60	0,2308	23,08
0,5000	0,1156	23,12	14,975 15,00	23,30	14,90 14,90	0,1155	23,10

A bismuthditannátnál az értékhatárok
20-24 % Bi_2O_3 .

Kevesebb mennyiségekkel azért nem végeztem meghatározásokat, mert a Bi-tartalom a bismuthtannáthoz viszonyítva alacsonyabb és így a kísérleti hibák kisebb mennyiségek bemérésénél jelentékenyen megnövekednének.

A praeparátumok Bi_2O_3 százalékos tartal-
mának összehasonlítása az új argentomet-
rikus mérés alapján.

Bemért Bi.tannát gr-ban	Kereskedel- mi Bi.tan- nát Bi_2O_3 tartalma	Házilag ké- szült Bi.tannát Bi_2O_3 %	Általam mó- dosított eljárással készült Bi_2O_3 %
1,0000	40,04	40,88	40,08
0,8000	40,20	40,75	40,20
0,6000	40,17	40,72	40,00
0,4000	40,20	40,53	40,85
0,2000	40,40,	40,80	40,40

Összehasonlítva a különböző készítményeket, azt látjuk, hogy a gyógyszerkönyvi módosított eljárásnál kapott eredmények Bi_2O_3 %-a 40 - 40.85 ig terjed, tehát a Gyógyszerkönyvnek megfelelő határérték között ingadozik.

Az eltérések mérési, illetve kísérleti hibákból erednek és elhanyagolhatók.



Ö s s z e f o g l a l á s .

Feladatomban kettős volt: a bismuthtannát készítése és értékmeghatározása.

A gyógyszerkönyv által feltüntetett anyagok mennyiségeinek megfelelően a bism. subnitrátot elegendő salétromsavban melegítéssel oldottam és hozzáadtam az ammoniás csersav megszűrt oldatát. A kapott csapadékot mostam, szárítottam.

Az így kapott készítményt izmitási próbákkal ellenőriztem, párhuzamosan végeztem von Muir által kidolgozott titrálással, főlös Na_2HPO_4 -al az oldott Bi iont lecsapva és a foszfát-felesleget uranylacetáttal mérve - mérés sorozatokat.

Végül kidolgoztam a bism. tannátra titrimetrikus értékmeghatározást, úgy, hogy főlös n/lo foszfáttal a Bi iont lecsaptam, a főlös foszfátot n/lo AgNO_3 -al leválasztva, a főlös AgNO_3 -at Volhard szerint mértem.

Vizsgálataim szerint a módosított előállítással kapott bism. tannát egyszerűen előállítható, a gyógyszerkönyvnek megfelelő bismuth-tartalommal rendelkezik.

Új titrimetrikus módszerem gravimetrikus ellenőrzése a gyógyszerkönyvnek teljesen megfelelő értékeket adott.

I r o d a l o m.

1. Dr.Fritz: Gyógyszerhatástan, 1938.
2. Magyar Gyógyszerkönyv IV.kiad./1934.65.,99.old./
3. Zechmeister: Org.Chemia II. /1932.342.old./
4. Hager: 8.Ausgabe I. 85.s.
5. Ph.Helvetika V.:/1933.160.s./
6. Chemisches Zentralblatt: 1906.II.930.s.
7. H.Kubina u. J.Plichta:Z.anal.Chem.72.11./1927./
8. F.Feigl u. F.Neube: Z.anal.Chem.62.369./1923./
9. Dávid dr.: Gyógyszerészet II. 5. és 58.old.
10. Moser: Z.Anal.Chem. 45. /1906./ 19.s.
11. Vanino Freubert: Ber. 31. /1898/ 1303.
12. Mühlmann-Mawrow: Z.Anorg.Chem. 13./1897/209.
13. Möser: Z.Anal. Chem. 45. /1906./ 19.
14. Salkowski: Ber. 38. /1905./ 3942.s.
15. Gmelin: Handbuch der anorg.Chem.Wismuth 93.
16. Löwe: J.pr.Chem. 67. /1856./ 466.s.
17. Feige-Ordert: Z.Anal.Chem.65. /1942/25./ 449.s.
18. Wege-Rupp-Scheumann: Z.Anorg.32./1902/362.s.
19. Valentin: Z.Anal.Chem.54./1915./
Meode Arch.der Pharm.241. /1903/608.s.
20. von Muir: Chem.N. 36. /1877./ 211.s.

21. Mohr: Lehrbuch, der Chem.Anal.titriermethode.
Branschweig: 1897. VII.Aufl.257.s.
Hanus: Z.Anorg.Chem. 17. /1898./ 115.s.
Reichard: Pharm.Zentrallhalle 54./1913./10.
22. Pogg.Ann. 63. /1844./ 567.s.
23. Be. Soc. Chem. /3/ 29. /1903./ 723.s.
24. Caven Hiel: I.soc.chem.Ind. 16. /1897./ 30.
25. Kolthoff: Pharm.Weckblad 59. /1922/ 205.



Kedves kötelességet teljesítek, midőn munkám befejeztével hálás köszönetemet fejezem ki tanítómesteremnek és volt hivatali főnökömnek: D á v i d L a j o s dr. egyetemi tanár urnak, a Gyógyszerészeti Intézet és az Egyetemi Gyógyszertár igazgatójának jóindulatu támogatásáért és értékes tanácsaiért.

